

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**



文 武子円
(2000円)

特 許 圖

昭和49年11月27日

特許庁長官 殿

1.発明の名称

3-イソオキサゾリル尿素類の製造法
ニヨウルイ セイノウナウ

2.発明者

オオツカヒガヌミヨンクユゲトヨウ
大阪府大阪市東住吉区粉里町2の126

スミ モトシン サザウ
皮本 信三郎 (はか三名)

3.特許出願人 郵便番号 541

大坂府大阪市東区道修町3丁目12番地
シヨウイセイタウ

(1921) 堀野西製薬株式会社
ヨシノシキセイカ

代表者 吉利一雄
ヨシノシキイチエイ

4.代理人 郵便番号 533

大阪市福島区鶴洲上2丁目42番地

堀野西製薬株式会社特許部(電話06-438-3861)

弁理士(6703) 岩崎光輔
イワザキコウスケ

5.郵付書類の目録

(1) 明細書



(2) 委任状

(3) 図書副本

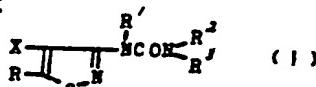
明細書

1.発明の名称

3-イソオキサゾリル尿素類の製造法

2.特許請求の範囲

一般式



(式中、Rは水素、アルキル基またはアリール基、R'は水素またはアルキル基、R²およびR³は水素、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アラルキル基、アリール基、アルコキシ基またはアルキチオ基を表わし、R²とR³は直接または他のヘテロ原子を含んで間接的に連結して含窒素環を形成してもよく、Xは水素、アルキル基またはハロゲンを表わし、RとXは連結してアルキレン基を形成してもよく、また上記アルキル基、アラルキル基およびアリール基はハロゲン、アルキル基、ニトロ基およびヒドロキシ基から選ばれた1以上の置換基を有してもよい。)

示される3-イソオキサゾリル尿素類の製造に

⑯ 日本国特許庁

公開特許公報

⑪特開昭 51- 63170

⑫公開日 昭51.(1976) 6.1

⑬特願昭 49-136722

⑭出願日 昭49.(1974) 11.27

審査請求 未請求 (全8頁)

序内整理番号 6516 49

6762 44

6762 44

6422 49

⑮日本分類

16 E342

16 E34

30 F372.21

30 F932

⑯ Int.CI?

C07D261/06

C07D261/2011

A01N 9/22

解して、

① 3-イソオキサゾリルアミン(X)とイソシアヌ酸またはそのエステル(Y)を反応させて3-イソオキサゾリル尿素(I')(R'=水素)(R'=水素)を生成させること；

② イソシアヌ酸3-イソオキサゾリルエステル(N)とアミン(V)を反応させて3-イソオキサゾリル尿素(I')(R'=水素)を生成させること；

③ 3-イソオキサゾリルアミン(X)とカルバミド酸の反応性誘導体(H)を反応させて3-イソオキサゾリル尿素(I')を生成させること；

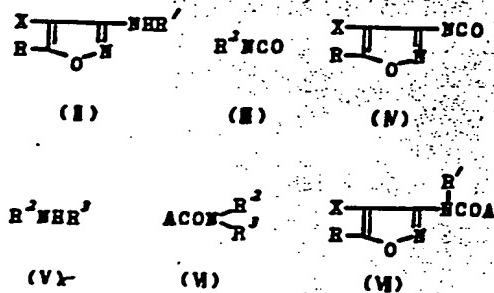
④ 3-イソオキサゾリルカルバミド酸の反応性誘導体(H)とアミン(V)を反応させて3-イソオキサゾリル尿素(I')を生成させること；

⑤ 3-イソオキサゾリル尿素(I')(X=水素)をハロゲン化して対応する3-ハロゲノイソオキサゾリル(I')(X=ハロゲン)を生成させること；または

⑥ R', R²およびR³のうち少なくとも1個が水素で

ある3-イソオキサゾリル尿素(Ⅰ)をアルキル化またはアルキルチオ化してR'、R²およびR³のうち少くとも1個が新たに導入されたアルキル基またはアルキルチオ基である3-イソオキサゾリル尿素(Ⅰ)を生成させること。

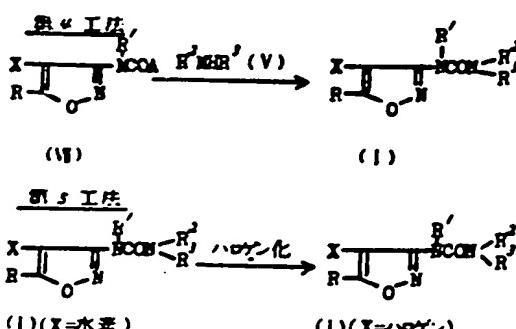
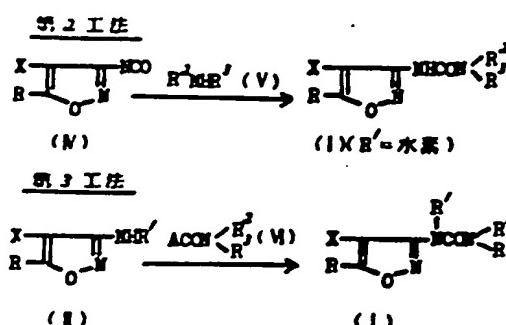
を特徴とする3-イソオキサゾリル尿素類の製造法。



[式中、Aは反応性残基を表わし。R、R'、R²、R³およびXは前記と同意義を有する。]

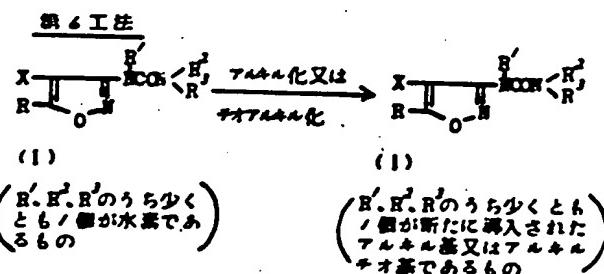
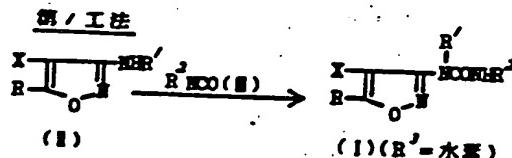
3 発明の詳細な説明

本発明は一般式



特開昭51-63170②
 [式中、Rは水素、アルキル基またはアリール基。R'は水素またはアルキル基、R²およびR³は水素、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アラルキル基、アリール基、アルコキシ基またはアルキルチオ基を表わし。R²とR³は直接または他のヘテロ原子を含んで間接的に連結して含窒素環を形成してもよく、Xは水素、アルキル基またはハロゲンを表わし、RとXは連結してアルキレン基を形成してもよく、また上記アルキル基、アラルキル基およびアリール基はハロゲン、アルキル基、ニトロ基およびヒドロキシ基から選ばれた1以上の置換基を有してもよい。] で示される3-イソオキサゾリル尿素類の製造法に関する。

この3-イソオキサゾリル尿素類(Ⅰ)の製造法は次式によつて示される：



[式中、Aは反応性残基(例えばハロゲン、エスチル残基)を表わし。R、R'、R²、R³およびXは前記と同意義を有する。]

上記定義の用語についてさらに説明を補足すれば、アルキル基としてはメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、イソブチル、セーブチル、ベンチル、ヘキシル、シクロプロピル、シクロブチル、シクロヘンチル、シクロヘキシルなど、アルケニル基としてはビニル、アリル、プロペニル、ブチニル、ブタジエニル、シクロヘキセンなど、アルキニル基としてはエチニル、ソロペニル、ブチニルなど、アラルキル基としてはベンジル、フェネチルなど、アリール基としてはフ

特開昭51-63170(3)

媒としては、ジメチルホルムアミド、クロロホルム、チトラヒドロフラン、ベンゼンなどが例示されるが、ピリジンなどの塩基性触媒を用いるとしてもよい。

第5工法はイソオキサゾール核の4位のハロゲン化であつて、このハロゲン化はクロル化、臭素化、ヨウ素化などを含む。これらの反応はそれらの常法によって、ハロゲン化剤、触媒、温度条件などを適宜選択して実施すればよい。

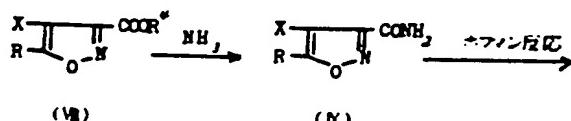
本発明方法の第1および2工法はイソシアニ酸もしくはイソシアニ酸エステルとアミンとの反応であつて、常法によって室温下または冷却下もしくは加熱下に適当な不活性溶媒（例えば、ベンゼン、トルエン、ジオキサン、ジグリム、ジメチルホルムアミド）中実施すればよい。反応を円滑に行うために塩基性触媒（例えば、ピリジン、トリエチルアミン）を添加してもよい。

第3および4工法はカルバミド酸の反応性誘導体（例えば、ハロゲニド、エステル）とアミンとの反応であつて、塩基性触媒（例えば、ピリジン、トリエチルアミン）の存在下不活性溶媒を使用しもしくは使用せずに加熱下に実施すればよい。溶

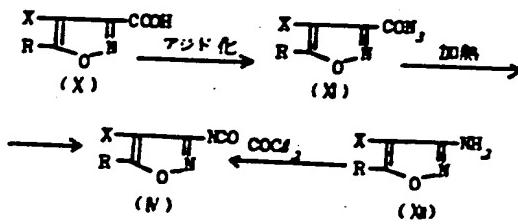
媒としては、ジメチルホルムアミド、クロロホルム、チトラヒドロフラン、ベンゼンなどが例示されるが、ピリジンなどの塩基性触媒を用いるとしてもよい。アルキル化またはアルキルチオ化であつて、 R' 、 R'' および R''' のうち少なくとも1個が水素である尿素（I）を原料物質として使用し、その水素をアルキル基またはアルキルチオ基に置換されればよい。アルキル化に際しては、通常のアルキル化剤が一般に使用できる。例えば、メチル化について述べると、臭化メチル、ヨウ化メチルなどのハロゲン化メチル、ジメチル硫酸、ジアゾメタン、メタンスルホン酸メチル、トルエンスルホン酸メチルのような有機酸メチル、ホルムアルデヒドとギ酸の混合物、ホルムアルデ

ヒドと還元剤の組合せなどが挙げられる。またアルキルチオ化に際しては、例えば、ハロゲン化アルキルスルフェニルを使用する方法が採用される。これらの反応はそれぞれの常法によって、温度、溶媒などの反応条件を適宜選択して実施すればよい。

本発明方法で原料物質として使用されるアミン（II）は次式に示されるように対応するカルボン酸エステル（III）から導かれる：



次式に示されるように対応するカルボン酸（IV）またはアミン（V）から導かれる：

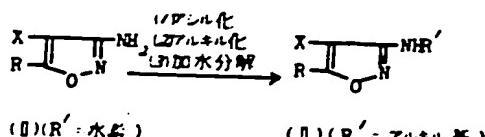


式中、RおよびR'は前記と同じ義を有する。また導かれるヨーイソオキサゾリル尿素類（II）は新規化合物であつて、除草剤または殺菌剤として有用である。

以下に本発明方法の実施例を挙げる。

実施例1

3-アミノ-5-メーブチルイソオキサゾール16.82gを無水ベンゼン140mlに溶解し、これにかきまぜながらイソシアニ酸メチルエステル81.0gおよびトリエチルアミン13.0gを加え、混合物を室温下に約3時間かきませ、一夜放置し、さらに1時間加熱還流させる。水冷後、反応液上



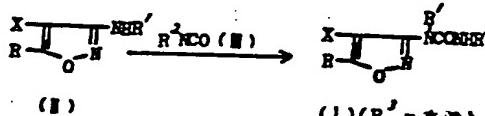
Xはカルボニル基を表わし、R'などとは前記と同じ義を有する。)

他の原料であるイソシアニ酸エステル（V）は

り析出した結晶を沪取し、酢酸エチルより再結晶すると融点 $182.0 \sim 182.5^{\circ}\text{C}$ の無色針状品としてノーチル-3-(5-セブチル-3-イソオキサゾリル)尿素 2.619 を得る。

实验例 2~6

下記の原料物質(?)を使用し、実験例1と同様に反応を行い、対応する目的物質(1)(R' = 水素)を得る：



(以下全白)

実験例 No.	I			II		目的物質(1) mp. bp又はIR
	R	X	R'	R ²		
2	H	H	H	Me	1635-1660	
3	Me	H	H	Me	2140-2150	
4	Et	H	H	Me	1575-1590	
5	Pr	H	H	Me	1557-1560	
6	i-Pr	H	H	Me	1120-1130	
7	c-Pr	H	H	Me	1570-1580	
8	Ph	H	H	Me	1935-1940	
9	- $(CH_2)_n-$	H		Me	1930-1940	
10	Me	H	H	Et	1330-1345	
11	i-Pr	H	H	Et	1225-1235	
12	t-Bu	H	H	Et	1790-1805	
13	Me	H	H	Pr	950-967	
14	i-Pr	H	H	Pr	885-895	
15	t-Bu	H	H	Pr	1340-1350	
16	Me	H	H	i-Pr	1180-1190	
17	i-Pr	H	H	i-Pr	1150-1160	
18	t-Bu	H	H	i-Pr	1340-1350	
19	Me	H	H	Bu	895-905	
20	i-Pr	H	H	Bu	710-720	
21	t-Bu	H	H	Bu	695-715	
22	Me	H	H	Et	1100-1110	
23	i-Pr	H	H	Et	815-825	

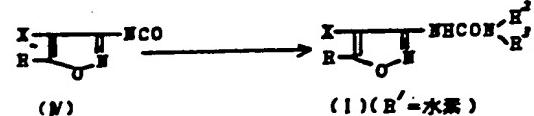
注) 上記表中の略号は下記の意味を有する: H(水素), M_n(メチル基), Et(エチル基), Pr(プロピル基), Bu(ブチル基), Ph(フェニル基), Ac(アリル基), He(ヘキサ-1,5-二烯), Tol(トルル基), c-(ノクロ-), i-(イソ-), t-(ターシャリ-), m-(メタ-), p-(パラ-), d(分離点), mp(融點 °C), bp(沸点), IR(赤外線吸収スペクトル).

实施例 6.6

イソシアヌル⁵-セーブチル-3-イソオキサゾリルエステルとタリウムベンゼン/ユロヒドリ酸を加え、これにジメチルブチルアミンと15%を加え、3時間還流させる。冷却後、反応液から溶媒を留去し、残渣をシリカゲルの薄層クロマトグラフィーに付し、ノープチル-ノーチル-3-(5-セーブチル-3-イソオキサゾリル)尿素²⁷³⁹を得る。本品はヘキサンより再結晶し、融点65.5~66.5°Cの結晶を得る。收率82%。

実験例 47-135

下記の原料物質(Ⅳ)を使用し、実験例6と同様に反応を行い、対応する目的物質(1)(B'-水素)を得る：



実験例	I		目的物質(I')(R' = 水素)			
	R	X	R'	R''	mp, bp 又は IR	
67	t-Bu	H	Me	Me	119.5-120.5	
68	Me	H	H	H	201-203(d)	
69	t-Bu	H	H	H	179.5-180.5	
70	Me	H	Me	Me	150.5-151.5	
71	t-Bu	H	Me	As	90.0-91.0	
72	t-Bu	H	Me	Met	106.0-107.0	
73	Me	H	-CH ₂ -CH ₂ -O-	O	170.0-171.0	
74	i-Pr	H	Me	Me	69.0-70.0	
75	i-Bu	H	Me	Me	90.5-91.0	
76	i-Pr	H	Me	Bu	168.0, 161.6 cm ⁻¹ (CC ₆)	
77	i-Bu	H	Me	Bu	167.8, 4, 62.0 cm ⁻¹ (CC ₆)	
78	t-Bu	H	Me	Et	82.5-83.5	
79	t-Bu	H	Et	Et	122.0-123.5	
80	t-Bu	H	Pr	Pr	75.0-80.5	
81	t-Bu	H	i-Pr	i-Pr	200-205(d) 167.7, 161.2	
82	t-Bu	H	Et	Bu	cm ⁻¹ (CC ₆)	
83	t-Bu	H	Me	c-He	149.5-150.5	
84	t-Bu	H	Me	Ph	122.5-123.0	
85	t-Bu	H	Me	Bz	107.0-108.0	
86	t-Bu	H	As	As	167.6, 161.0 cm ⁻¹ (CC ₆)	
87	t-Bu	H	Bu	Bu	167.6, 61.1 cm ⁻¹ (CC ₆)	
88	t-Bu	H	i-Bu	i-Bu	112.0-113.0	

59	Me	H	Me	Bu	79.0-800		113	t-Bu	H	H	s-Bu	132.5-134.0
90	Me	H	Me	Al	89.0-900		114	t-Bu	H	H	i-Bu	121.5-122.0
91	Me	H	Me	Met	91.0-920		115	t-Bu	H	H	t-Bu	180.5-183.5
92	Me	H	H	o-P-Ph	1700-1710		116	t-Bu	H	H	3'- C ₆ - Ph	226.5-227.0
93	Me	H	H	2 ^z - C ₆ -Ph	2080-2090		117	t-Bu	H	H	Bz	136.5-137.5
94	Me	H	H	p-NO ₂ -Ph	253-254(4)		118	t-Bu	H	H	a-Me-Bz	118.0-119.0
95	Me	H	-(CH ₂) ₆ -	-	1930-1940		119	t-Bu	H	Me	Pr	76.0-77.0
96	Me	H	-(CH ₂) ₅ -	-	139.0-1600		120	t-Bu	H	Me	i-Pr	90.5-91.5
97	Et	H	Me	Me	86.5-87.5		121	t-Bu	H	Me	s-Bu	113.5-114.5
98	Et	H	Me	Bu	168.2-1622		122	t-Bu	H	Me	i-Bu	113.5-114.5
99	Et	H	Me	Al	46.5-47.5		123	t-Bu	H	Me	t-Bu	149.0-151.0
100	Et	H	Me	Met	67.0-680		124	t-Bu	H	Me	He	167.7-161.5
101	Et	H	-(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ -	-	121.5-122.0		125	t-Bu	H	Me	a-Me-Bz	121.0-122.0
102	Pr	H	Me	Me	880-890		126	c-Pr	H	Me	Me	145.0-146.0
103	Pr	H	Me	Bu	1680-1622		127	c-Pr	H	Me	Met	77.5-78.5
104	Pr	H	Me	Al	550-570		128	Ph	H	Me	Me	183.0-183.0
105	Pr	H	Me	Met	64.0-650		129	Ph	H	Me	Met	128.0-129.0
106	Pr	H	-(CH ₂) ₂ OCH ₂) ₂ -	-	108.5-109.0		130	-(CH ₂) ₆ -	Me	Me	164.5-165.5	
107	i-Pr	H	Me	Al	555-565		131	-(CH ₂) ₅ -	Me	Met	111.5-112.0	
108	i-Pr	H	Me	Met	544-555		132	t-Bu	H	-(CH ₂) ₆ -	132.0-137.5	
109	i-Pr	H	-(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ -	-	130.5-131.5		133	t-Bu	H	(CH ₂) ₅ -	114.0-115.0	
110	i-Bu	H	Me	Al	255-27.0		134	t-Bu	H	-(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ -	172.0-180.0	
111	i-Bu	H	Me	Met	82.0-83.0		135	H	H	Me	Met	171.7-159.5
112	i-Bu	H	-(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ -	-	109.5-110.5		136	H	H	3'- C ₆ - Ph	203.0-207.0	

137	H	H	Me	Me	1135-1143
138	t-Bu	H	Met	H	1470-1480

注) 中の括号は下記の意義を有する: Met(メトキシ基), Br(ベンジル基), s-(セカンダリイー)。その他は前記と同意義を有する。

文庫例 / 39

モノジメチル-3-(5-セーブチル-3-イソオキサゾリル)尿素/10.9%を乾燥したジメチルホルムアミド10mLに溶解し、室温下にかきまぜつつ5.0g水素化ナトリウムエクスタを加え、60°Cで15分間加熱する。10°Cに冷却し、3.9g化メチルエクシダを乾燥したジメチルホルムアミド3.0mLに溶かした溶液を加え、1時間で滴下し、80°Cで5分間加熱し、溶液を留去する。残液に水15.0mLを加え、クロロホルムで抽出する。クロロホルム層を無水芒硝で乾燥し、溶液を留去し、残液をシリカゲルによるカラムクロマトグラフィーに付し、融点90~94°Cの結晶として4.4g3-トリメチル-3-(5-セーブチル-3-イソオキサゾリル)尿素/10.4%を得る。

150	t-Bu	H	Bu	Me	Et	130-135°C/500/0.25mPa
151	Me	H	Bu	Et	Me	140-145°C/500/0.25mPa

佳) 路号は順配と逆順を打てる。

文海例 152

1-(5-メチル-3-イソオキサゾリル)尿素を使用し、実験例ノ39と同様に反応を行い、融点 $720\sim780^{\circ}\text{C}$ の結晶として1-(ジメチルアミノ)-3-(5-メチル-3-イソオキサゾリル)尿素 I' を相当および融点 $1460\sim1470^{\circ}\text{C}$ の結晶として1-(メチルアミノ)-(5-メチル-3-イソオキサゾリル)尿素 II' を相当量それぞれ収率として得る。

寒風集·三三

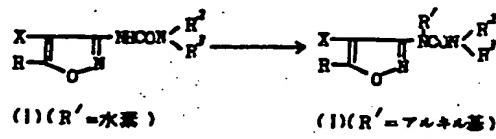
1-(5-ミーブチル-3-イソオキサゾリル) 塩基を使用し、実験例139と同様に反応を行い、融点900~910°Cの結晶として1,1,3-トリ-
メチル-2-(5-ミーブチル-3-イソオキサゾリル) 塩基S616相当、融点1300~
1310°Cの結晶として1,3-ジメチル-3-(
5-ミーブチル-3-イソオキサゾリル) 塩基

特別號51-63170(6)

收平9354

实题例 / 40 - 151

下記の原料物質(1)(R'=水素)を使用し、実験例No.3と同様に反応を行い、対応する目的物質(1)(R'=アルキル基)を得る:



実験例	(1)(R'=水素)				目的物質(1)X R'=アリル基)	
	R	X	R'	H'	R'	mp, bp または IR
140	Me	H	Me	Me	Me	103-105°C(浴槽) 0.2mmHg
141	Et	H	Me	Me	Me	1130-1140°C/0.2mmHg
142	Pr	H	Me	Me	Me	1150-1160°C/0.4mmHg
143	1-Pr	H	Me	Me	Me	1060-1070°C/0.3mmHg
144	1-Bu	H	Me	Me	Me	1230-1240°C/0.5mmHg
145	c-Pr	H	Me	Me	Me	1320-1310°C/0.5mmHg
146	Ph	H	Me	Me	Me	1651, 1623cm ⁻¹ (CCl ₄)
147	-(CH ₂) ₅ -	Me	Me	Me	Me	138-137°C/0.5mmHg
148	H	H	Me	Me	Me	71-72°C/0.3mmHg
149	t-Bu	H	Bu	Me	Me	130-135°C(浴槽) 0.2mmHg

2.24も相当および融点134.0~135.0°Cの
結晶としてノーノチャル-ノ-（5-ヒープチャル-
3-イソオキサゾリル）尿素4ムラツクも相当をそ
れぞれ取扱として想る。

實驗例／54

ノーメチル-3-(3-セーブチル-3-イソオキサゾリル)尿素を使用し、実験例139と同様に反応を行い、融点130～132.0°Cの結晶として13-ジメチル-3-(3-セーブチル-3-イソオキサゾリル)尿素を4.3g相当および融点90.0～91.0°Cの結晶として1,3-トリメチル-3-(3-セーブチル-3-イソオキサゾリル)尿素を3.9g相当をそれぞれ収率として得る。

五五八

1-メチル-3-(5-メチル-3-イソオキサソリル)尿素0.310gを餌水エタノール1ml
およびアトリウム0.048gからなるナトリウムエトキシドに加え、室温下15分間かきませたの
後、エクノールを減圧除去する。残渣に餌水ベン

ゼン3回を加え、硫酸ジメチル0.279gを滴下し、室温下2時間かきませたのち、さらに1時間40分間攪拌する。冷後、不溶物を沪去し、ベンゼン溶液を飽和炭酸水素ナトリウム水溶液および水で順次洗浄し、無水芒硝にて乾燥し、溶媒を留去する。残液をカラムクロマトグラフィーにより精製し、4-ジメチル-3-(5-メチロ-3-イソオキサゾリル)尿素0.197gを得る。収率52.3%。

実験例156

3-アミノ-5-メチルイソオキサゾール4.906gにピリジン3滴と塩化ジメチルカルバモイル1.18gを加え、60°Cにて25時間かきませる。ピリジンを減圧留去し、残液に水1.5mlと5ml塩酸を加えて中性とし、クロロホルムで抽出する。クロロホルム層よりクロロホルムを留去し、残液に1.5mlメタノール性水酸化ナトリウム液2.5mlを加え、室温に2日間放置し、溶媒を留去する。残液に水1.00mlを加え、塩酸性としたのち、クロロホルムで再び抽出し、クロロホルムを水洗し、芒硝で乾燥し、溶媒を留去する。残液をシリカゲルを使用してカラムクロマトグラフィーにて精製し、融点150.5~151.5°Cの結晶として4-ジメチル-3-(5-メチロ-3-イソオキサゾリル)尿素0.4235gを得る。収率56%。

特開昭51-63170の
ム層を水洗し、芒硝で乾燥し、溶媒を留去する。
残液をシリカゲルを使用してカラムクロマトグラ
フィーにて精製し、融点150.5~151.5
°Cの結晶として4-ジメチル-3-(5-メチ
ロ-3-イソオキサゾリル)尿素0.4235gを得る。収率56%。

実験例157

3-メチルアミノ-5-セーブチルイソオキサ
ゾールを使用し、実験例156と同様に反応を行
い、融点90.0~94.0°Cの結晶として4-ジ
メチル-3-(5-セーブチル-3-イソオ
キサゾリル)尿素を得る。

実験例158

4-メチル-3-(5-セーブチル-3-イソ
オキサゾリル)尿素1.92gをピリジン30mlに
溶解し、-30~-40°Cに冷却下塩化ブチルス
ルフェニル1.35gを加える。混合物を-30~-
40°Cで2時間、さらに室温一夜放置する。
反応物を常法により処理し、油状物として4-メ
チル-ノーブチルチオ-3-(5-セーブチル-
3-イソオキサゾリル)尿素を得る。

3-イソオキサゾリル)尿素0.31gを得る。

IR: 1695, 1606cm⁻¹(CCl₄)。

実験例159

4-メチル-3-(5-メチル-3-イソオキ
サゾリル)尿素を使用し、実験例158と同様に
反応を行い。油状物として4-メチル-ノーブチ
ルチオ-3-(5-メチル-3-イソオキサゾリ
ル)尿素を得る。IR: 1693, 1618cm⁻¹(CCl₄)。

実験例160

4-メチル-3-(5-セーブチル-3-イ
ソオキサゾリル)尿素2.18gと氷水酢酸ナト
リウム0.92gを水酢酸1.00mlに溶解した溶液に
臭蘇1.65gを加える。これを50°Cにて23時
間攪拌し、冰水1.00mlを注加し、塩化メチレン
にて抽出する。有機層を炭酸水素ナトリウムの飽
和水溶液と水で順次洗浄し、減圧蒸発して溶媒を
留去する。残液をシリカゲルを使用してカラムク
ロマトグラフィーにて精製したのち、4-メチル-
3-イソオキサゾリル)尿素を得る。

3-ジメチル-3-(4-ブロモ-3-セーブチル-
3-イソオキサゾリル)尿素を得る。

実験例161

4-(3-セーブチル-3-イソオキサゾリル)
カルバミド酸メチルエスチル3.37gにジメチル
アミン2.00mlを加え、封管中100°Cにて24時
間加熱する。反応液よりジメチルアミンを留去し、
残液をシリカゲルのカラムクロマトグラフィーに
て精製し、4-ジメチル-3-(3-セーブチ
ル-3-イソオキサゾリル)尿素2.33gを得る。
収率70.6%。

実験例162

4-(3-メチル-3-イソオキサゾリル)カ
ルバミド酸メチルエスチルを使用し、実験例161
と同様に反応を行い、4-ジメチル-3-(3
-メチル-3-イソオキサゾリル)尿素を得る。
収率69.5%。

実験例163

3-メチルアミノ-5-セーブチルイソオキ
サゾール1.54gをトルエン5.0mlに溶解し、室温

ム前記以外の発明者

クサン、クサン
滋賀県草津市草津2の4の4/

ニキナガヒサジウ

行水寿二郎

トヨノウケンヒサンノセムラオオアゲシンカワ

大阪府豊能郡東能勢村大字吉川15の542

シヅカイチウ

石塚一郎

イケダハチ

大阪府池田市畠町6/9の6

スキタシズオ

杉田実男

下塩化水素ガスを30分間導入し、1時間そのままさせたのち、減圧留去して過剰の塩化水素ガスを除く。トルエン30mlを追加し、50~70°Cにて3時間ホスゲンガスを導入する。混合液を室温下に一夜放置し、浴温40~65°Cにてトルエンを留去する。残液にピリジン20mlとジメチルアミン10mlを加え、50°Cにて3時間かきませる。反応液よりピリジンを減圧留去し、残液に水20mlを加え、塩酸酸性としたのち、クロロホルムにて抽出する。クロロホルム層を減圧濃縮し、残液をシリカゲルのカラムクロマトグラフィーに付して融点900~940°Cの結晶として2,3-トリメチル-3-(5-セーブチル-3-イソオキサゾリル)尿素を得る。

特許出願人 塩野義製薬株式会社

代理人 弁理士 岩崎光雄